

**PENGHASILAN KOMPOSIT POLIESTER TAK TEPU TERISI  
TERAS KENAF DAN PENGISI NANO MELALUI TEKNIK TEKAN  
PANAS**

**oleh**

**LUQMAN BIN MUSA**

**Tesis yang diserahkan untuk memenuhi keperluan bagi  
Ijazah Doktor Falsafah**

**Ogos 2009**

## Penghargaan

Ucapan terima kasih ( جزاكم الله خيرا كثيرا ) didahului.

Kepada penyelia utama, Prof. Rozman Hj. Din kerana bantuan dan tunjuk ajar yang diberikan tanpa jemu-jemu. Kepada Universiti Malaysia Perlis (Unimap) dan Kementerian Pengajian Tinggi Malaysia (KPT) atas kepercayaan yang dihulurkan. Kepada Universiti Sains Malaysia (USM) dan Pusat Pengajian Teknologi Industri, USM kerana peluang keemasan yang diberikan

Kepada keluarga semua, terutama Hjh. Siti Rokiah Hussain Waksa dan Yusmarini Yusoff; ibu dan isteri tersayang yang saling memberikan semangat dan motivasi hidup serta doa yang senantiasa. Sokongan dalam apa jua bentuk ini tidak dapat dinilai dengan kata-kata. Dua puteri (setakat ini) tersayang; Balqis dan Nawwal yang menambahkan semangat untuk berusaha lebih gigih. Kepada Hj. Yusoff Salleh dan Hjh. Maizun Abdullah (mertua) serta Hj. Mahmud Zaim Musa (abang), yang mengadakan solat hajat “istimewa” khusus untuk diri ini.

Kepada staff PPTI terutama Bahagian Bio-sumber, Kertas dan Penglitup, yang membantu secara langsung atau tidak, terima kasih tidak terhingga kerana bersabar ketika melayan kerenah. Kepada Encik Mohd Jani Saad (FRIM, Kepong) kerana membekalkan kenaf. Kepada semua teman yang selalu berbincang ketika menghadapi masalah, ucapan ribuan terima kasih.

Akhir kata, ucapan jutaan terima kasih sekali lagi ( شكرا جزيلا ) kepada semua yang pernah memberi segala tunjuk ajar dan nasihat dalam menjalani hidup ini. Tanpa izin Allah dan serta penglibatan mereka-mereka ini, nescaya hidup ini tidak akan sempurna.

<b>ISI KANDUNGAN</b>	<b>Muka surat</b>
Penghargaan	II
Isi Kandungan	III
Senarai Jadual	VII
Senarai Rajah	VIII
Senarai Simbol	XIII
Abstrak	XV
Abstract	XVII
<b>1.0    PENGENALAN</b>	<b>Muka surat 1</b>
<b>2.0    TINJAUAN LITERATUR</b>	<b>3</b>
2.1    Resin Poliester Tak Tepu	6
2.1.1    Resin Poliester Tak Tepu Secara Umum	6
2.1.2    Penghasilan Poliester Tak Tepu	8
2.1.3    Pelarut Aktif / Monomer	11
2.1.4    Pematangan Poliester Tak Tepu	13
2.1.4.1    Pemangkin	16
2.1.5    Agen Pelincir Acuan	18
2.1.6    Perencat	19
2.2    Kenaf	21
2.2.1    Kelebihan Kenaf	22
2.2.2    Kenaf di Malaysia	24

2.2.3	Pemrosesan Kenaf	25
2.2.4	Kelebihan Komposit Kenaf	25
2.3	Montmorillonite (MMT)	27
2.3.1	Kapasiti Penukargantian Kation (CEC)	31
2.4	Pernyataan Masalah	31
2.5	Objektif	33
<b>3.0</b>	<b>UJIKAJI</b>	<b>35</b>
3.1	Bahan	35
3.1.1	Bahan Kimia Pembuatan Bod Komposit	35
3.1.2	Pengisi	36
3.1.3	Proses Penukargantian Kation	37
3.2	Peralatan	38
3.3	Tatacara	39
3.3.1	Penghasilan Pengisi Kenaf	39
3.3.2	Formulasi Komposit	40
3.3.3	Penghasilan Bod Komposit	41
3.3.4	Tindakbalas Penukargantian Kation MMT	42
3.4	Ujian dan Analisis	44
3.4.1	Analisis Pembelauan Sinar-X (XRD)	44
3.4.2	Analisis FTIR	44
3.4.3	Ujian Hentaman	45
3.4.4	Ujian Lenturan	45
3.4.5	Ujian Tensil	46

3.4.6	Ujian Penyerapan Air dan Pembengkakan Ketebalan	47
3.4.7	Analisis Mikroskop Elektron Penskanan (SEM)	48
<b>4.0</b>	<b>KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN</b>	<b>49</b>
4.1	Analisis XRD	49
4.2	Analisis FTIR	55
4.3	Ujian Tensil	59
4.3.1	Ujian Tensil Bod Tanpa Kenaf Terisi Dengan MMT-UNT, MMT-CTAB dan MMT-RHEO	59
4.3.2	Ujian Tensil Bod 40%, 50%, 60% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT	65
4.3.3	Ujian Tensil Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 74µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	70
4.3.4	Ujian Tensil Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 74µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	76
4.3.5	Ujian Tensil Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	84
4.3.6	Ujian Tensil Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	90
4.3.7	Ujian Tensil Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 150µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	95
4.4	Ujian Lenturan	99
4.4.1	Ujian Lenturan Bod Tanpa Kenaf Terisi Dengan MMT-UNT, MMT-CTAB dan MMT-RHEO	99
4.4.2	Ujian Lenturan Bod 40%, 50%, 60% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT	103
4.4.3	Ujian Lenturan Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 74µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	107
4.4.4	Ujian Lenturan Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 74µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	111

4.4.5	Ujian Lenturan Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	115
4.4.6	Ujian Lenturan Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	118
4.4.7	Ujian Lenturan Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 150µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	121
4.5	Ujian Hentaman	124
4.5.1	Ujian Hentaman Bod Tanpa Kenaf Terisi Dengan MMT-UNT, MMT-CTAB dan MMT-RHEO	124
4.5.2	Ujian Hentaman Bod 40%, 50%, 60% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT	128
4.5.3	Ujian Hentaman Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 74µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	131
4.5.4	Ujian Hentaman Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 74µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	134
4.5.5	Ujian Hentaman Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	137
4.5.6	Ujian Hentaman Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	139
4.5.7	Ujian Hentaman Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 150µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	141
4.6	Ujian Penyerapan Air Dan Pembengkakan Ketebalan	144
4.7	Analisis SEM	150
<b>5.0</b>	<b>KESIMPULAN</b>	<b>156</b>
<b>6.0</b>	<b>CADANGAN UNTUK KAJIAN LANJUTAN</b>	<b>159</b>
<b>7.0</b>	<b>RUJUKAN</b>	<b>161</b>

<b>Senarai Jadual</b>		<b>Mukasurat</b>
Jadual 1	Kandungan Kimia Kenaf	27
Jadual 2	Kandungan Kimia MMT-UNT	36
Jadual 3	Sifat Fizikal MMT-UNT	36
Jadual 4	Formulasi Komposit 60% Pengisi	40
Jadual 5	Formulasi Komposit 50% Pengisi	40
Jadual 6	Formulasi Komposit 40% Pengisi	41
Jadual 7	Sudut $2\theta$ dan Nilai “d” ( $\text{\AA}$ ) MMT-UNT, MMT-CTAB dan MMT-RHEO	50
Jadual 8	Data EDX Partikel MMT-UNT Dalam Sampel 50%-3% MMT-UNT 500 $\mu\text{m}$	155
Jadual 9	Data EDX Partikel MMT-CTAB Dalam Sampel 50%-3% MMT-CTAB 500 $\mu\text{m}$	155

Senarai Rajah		Mukasurat
Rajah 1	Contoh Rantai Poliester Tak Tepu	8
Rajah 2	Struktur Kimia Isomer Asid Ftalik	9
Rajah 3	Struktur Molekul Ringkas Resin Ortoftalik dan Isoftalik	10
Rajah 4	Struktur Kimia Tert-Butil Perbenzoat	17
Rajah 5	Gambarajah Montmorillonite	29
Rajah 6	Struktur Kimia Cetil Trimetil Amonium Bromida	37
Rajah 7	Keputusan Analisis XRD MMT-UNT, MMT-CTAB dan MMT-RHEO	50
Rajah 8	Pembelauan Sinar-X yang Memberikan Jarak Ruang Galeri “d” dan Sudut $\theta$ Antara Partikel MMT	52
Rajah 9	Spektrum FTIR MMT-UNT	57
Rajah 10	Spektrum FTIR MMT-CTAB	57
Rajah 11	Spektrum FTIR MMT-RHEO	58
Rajah 12	Kekuatan Tensil Bod Tanpa Kenaf Terisi Dengan MMT-UNT, MMT-CTAB dan MMT-RHEO	63
Rajah 13	Keliatan Tensil Bod Tanpa Kenaf Terisi Dengan MMT-UNT, MMT-CTAB dan MMT-RHEO	63
Rajah 14	Modulus Tensil Bod Tanpa Kenaf Terisi Dengan MMT-UNT, MMT-CTAB dan MMT-RHEO	64
Rajah 15	Takat Putus Tensil Bod Tanpa Kenaf Terisi Dengan MMT-UNT, MMT-CTAB dan MMT-RHEO	64
Rajah 16	Kekuatan Tensil Bod 40%, 50%, 60% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500 $\mu$ m dan MMT-UNT	68
Rajah 17	Keliatan Tensil Bod 40%, 50%, 60% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500 $\mu$ m dan MMT-UNT	68
Rajah 18	Modulus Tensil Bod 40%, 50%, 60% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500 $\mu$ m dan MMT-UNT	69



Rajah 19	Takat Putus Tensil Bod 40%, 50%, 60% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT	69
Rajah 20	Kekuatan Tensil Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 75µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	72
Rajah 21	Keliatan Tensil Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 75µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	74
Rajah 22	Modulus Tensil Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 75µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	75
Rajah 23	Takat Putus Tensil Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 75µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	75
Rajah 24	Kekuatan Tensil Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 75µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	78
Rajah 25	Keliatan Tensil Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 75µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	78
Rajah 26	Modulus Tensil Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 75µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	79
Rajah 27	Takat Putus Tensil Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 75µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	79
Rajah 28	Kualiti Penyebaran dan Taburan Pengisi Bagi Satu Tempoh Masa Proses Percampuran yang Sekata Bagi Setiap Formulasi Bod	81
Rajah 29	Kekuatan Tensil Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	88
Rajah 30	Keliatan Tensil Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	88
Rajah 31	Modulus Tensil Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	89
Rajah 32	Takat Putus Tensil Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	89
Rajah 33	Kekuatan Ujian Tensil Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	93

Rajah 34	Keliatan Ujian Tensil Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	93
Rajah 35	Modulus Ujian Tensil Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	94
Rajah 36	Takat Putus Ujian Tensil Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	94
Rajah 37	Kekuatan Tensil Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 150µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	97
Rajah 38	Keliatan Tensil Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 150µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	97
Rajah 39	Modulus Tensil Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 150µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	98
Rajah 40	Takat Putus Tensil Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 150µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	98
Rajah 41	Kekuatan Lenturan Bod Tanpa Kenaf Terisi Dengan MMT-UNT, MMT-CTAB dan MMT-RHEO	102
Rajah 42	Modulus Lenturan Bod Tanpa Kenaf Terisi Dengan MMT-UNT, MMT-CTAB dan MMT-RHEO	102
Rajah 43	Kekuatan Lenturan Bod 40%, 50%, 60% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT	106
Rajah 44	Modulus Lenturan Bod 40%, 50%, 60% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT	106
Rajah 45	Kekuatan Lenturan Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 75µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	110
Rajah 46	Modulus Lenturan Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 75µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	110
Rajah 47	Kekuatan Lenturan Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 75µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	114
Rajah 48	Modulus Lenturan Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 75µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	114

Rajah 49	Kekuatan Lenturan Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	117
Rajah 50	Modulus Lenturan Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	117
Rajah 51	Kekuatan Lenturan Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	120
Rajah 52	Modulus Lenturan Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	120
Rajah 53	Kekuatan Lenturan Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 150µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	123
Rajah 54	Modulus Lenturan Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 150µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	123
Rajah 55	Kekuatan Hentaman Bod Tanpa Kenaf Terisi Dengan MMT-UNT, MMT-CTAB dan MMT-RHEO	124
Rajah 56	Kekuatan Hentaman Bod 40%, 50%, 60% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT	128
Rajah 57	Kekuatan Hentaman Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 75µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	131
Rajah 58	Kekuatan Hentaman Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 75µm, 150µm, 500µm dan MMT-UNT	135
Rajah 59	Kekuatan Hentaman Bod 40% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	138
Rajah 60	Kekuatan Hentaman Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 500µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	139
Rajah 61	Kekuatan Hentaman Bod 50% Pengisi Bagi Kenaf Bersaiz 150µm dan MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO	142
Rajah 62	Pembengkakan Ketebalan Bod 40%,50%,60% Pengisi Bagi 3% MMT-UNT dan Kenaf 500µm	147
Rajah 63	Pembengkakan Ketebalan Bod 50% Pengisi Bagi 3% MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO dan Kenaf 500µm	147
Rajah 64	Pembengkakan Ketebalan Bod Dengan Pengisi MMT-UNT, MMT-CTAB dan MMT-RHEO	148

Rajah 65	Penyerapan Air Bod 40%,50%,60% Pengisi Bagi 3% MMT-UNT dan Kenaf 500µm	148
Rajah 66	Penyerapan Air Bod 50% Pengisi Bagi 3% MMT-UNT, MMT-CTAB, MMT-RHEO dan Kenaf 500µm	149
Rajah 67	Penyerapan Air Bod Dengan Pengisi MMT-UNT, MMT-CTAB dan MMT-RHEO	149
Rajah 68	Rajah SEM Sampel 50%-0% MMT 500µm, Pembesaran 2500X.	153
Rajah 69	Rajah SEM Sampel 50%-3% MMT-UNT 500µm, Pembesaran 1000X.	153
Rajah 70	Rajah SEM Sampel 50%-3% MMT-CTAB 500µm, Pembesaran 4000X	154
Rajah 71	MMT Yang Terubahsuai Dalam Matriks	154

## Senarai Simbol

50%-1% MMT-UNT 500 $\mu$ m	Contoh Formulasi Bod: Peratus Pengisi – Peratus MMT – Jenis MMT - Saiz Kenaf
AgNO <sub>3</sub>	Argentum Nitrat
BMC	Adunan Pengacuan Pukal
CEC	Kapasiti Penukargantian Kation
CTAB	Cetil Trimetil Ammonium Bromida
d	Jarak Antara Galeri MMT
EDX	Energy Dispersive X-Ray Microanalyzer
FRP	Plastik Terkuat Gentian
FTIR	Fourier Transform Infra-Red
MAH	Maleik Anhidrida
MDF	Bod Berketumpatan Sederhana
MEKP	Metil Etil Keton Peroksida
MMT	Montmorillonite
MMT-CTAB	MMT Yang Diubahsuai Dengan CTAB
MMT-RHEO	MMT Jenis Rheospan
MMT-UNT	MMT Tanpa Pengubahsuaian
OH	Kumpulan Hidroksil
PAH	Ftalik Anhidrida
PB	Bod Partikel
PG	Propilena Glikol

PMC	Adunan Pengacuan Poliester
SEM	Mikroskop Elektron Penskanan
SMC	Adunan Pengacuan Kepingan
TBP	Tert-Butil Perbenzoat
UP	Poliester Tak Tepu
XRD	Pembelauan Sinar-X (“ <i>X-Ray Diffraction</i> ”)
ZS	Zink Stearat

# **PENGHASILAN KOMPOSIT POLIESTER TAK TEPU TERISI TERAS KENAF DAN PENGISI NANO MELALUI TEKNIK TEKAN PANAS**

## **ABSTRAK**

Komposit poliester tak tepu dengan pengisi kenaf (teras) dan montmorillonite (MMT) (tanpa dan terubahsuai) telah dihasilkan. Kenaf dari bahagian teras dengan tiga saiz kenaf iaitu 500 $\mu$ m, 150 $\mu$ m dan 75 $\mu$ m, manakala pengisi nano MMT pula ialah MMT tanpa pengubahsuaian (MMT-UNT), MMT yang diubahsuai dengan cetil trimetil ammonium bromida (MMT-CTAB) dan MMT dari jenis Rheospan (MMT-RHEO). Teknik pematangan secara tekan panas digunakan. Ujian mekanikal, tensil, lenturan dan hentaman, serta ujian kestabilan dimensi (penyerapan air dan pembengkakkan ketebalan) dijalankan ke atas bod bagi mengetahui kesan peratus pengisi, saiz kenaf, peratus MMT dan jenis MMT terhadap sifat-sifat disebut di atas. Keputusan dari ujian Pembelauan Sinar-X (XRD) dan Fourier Transform Infrared (FTIR) membuktikan MMT-UNT telah mengalami pengubahsuaian dan pembesaran ruang galeri.

Bod tanpa MMT menunjukkan pertambahan kadar kandungan pengisi kenaf memberikan kesan penurunan kepada sifat mekanikal. Namun, selepas penambahan MMT, walaupun sebelum diubahsuai memberikan kesan yang ketara terhadap peningkatan sifat mekanikal bod. Peranan saiz kenaf, peratus pengisi dan penambahan MMT di dalam matriks memberikan kesan kepada sifat mekanikal.

Pengubahsuaian MMT dengan CTAB dapat memberikan kesan yang ketara kepada sifat mekanikal. Ini adalah disebabkan oleh jumlah luas permukaan yang tinggi dan

pengubahsuaian melibatkan penukargantian kation. MMT-RHEO pula menjadikan penyebaran pengisi dalam matriks tidak sempurna disebabkan fungsinya yang meningkatkan kelikatan matriks kerana tujuan asal pengubahsuaian yang dilakukan terhadapnya adalah sebagai pengawal lelehan (*“sag control”*). Sementara bod tanpa pengisi kenaf, MMT-RHEO paling menonjol sifat mekanikalnya, diikuti dengan MMT-CTAB dan MMT-UNT.

Kandungan pengisi kenaf dan pengubahsuaian terhadap MMT mempengaruhi kestabilan dimensi bod ketika rendaman di dalam air. Melalui pengubahsuaian, kumpulan hidroksil (OH) dari MMT lebih mudah berinteraksi atau bertindakbalas dengan kenaf atau rantai poliester. Maka dengan itu, ia dapat menghalang dari bertindakbalas dengan air.



# **PRODUCTION OF UNSATURATED POLYESTER COMPOSITE FILLED WITH KENAF CORE AND NANOFILLER BY HOT-PRESS TECHNIQUE**

## **ABSTRACT**

Unsaturated polyester composites filled with kenaf core and montmorillonite (MMT) (with and without modification) had been produced. Three sizes of kenaf core were used; 500 $\mu$ m, 150 $\mu$ m and 75 $\mu$ m, whilst MMT were unmodified (MMT-UNT), cetyl trimethyl ammonium bromide (CTAB) modified (MMT-CTAB) and Rheospan MMT (MMT-RHEO). The composites were produced by hot-press technique. Mechanical tests such as tensile, flexural and impact together with dimensional stability test such as water absorption and thickness swelling were carried out. Result from X-Ray Diffraction (XRD) and Fourier Transform Infra-Red (FTIR) analysis showed that MMT-UNT underwent modification and enlargement of gallery space (distance between platelets).

For boards without MMT, the increase in the loading of kenaf filler had resulted in the reduction of mechanical properties. However, with addition of MMT even without modification, the mechanical properties increased significantly. The size and the loading of kenaf filler and addition of MMT influenced the mechanical properties of composites.

Modification of MMT with CTAB significantly influenced the mechanical properties of the composites. This was due to larger surface area as well as the modification through cation exchange. The addition of MMT-RHEO had adversely affected the

kenaf filler distribution due to the former's function as sag control. However, for those without kenaf filler, the composites with MMT-RHEO showed the highest mechanical properties followed by MMT-CTAB and MMT-UNT.

The loading of kenaf filler and MMT modification influenced the dimensional stability in water. With modification, the exposed hydroxyl (OH) groups from MMT would readily available to interact or react with kenaf or polyester chain. Thus, hindering them from water interaction.

## **1.0 PENGENALAN**

Komposit mempunyai kombinasi sifat yang amat unik dan mampu menyaingi bahan konvensional yang lain. Ia memainkan peranan yang penting dalam industri masa kini. Ini adalah kerana beberapa faktor yang menjadikan perusahaan komposit itu menarik, antaranya kos, sifat-sifat yang bersesuaian dengan kegunaannya, pengendalian proses yang mudah, pasaran yang luas dan sebagainya. Kini, penghasilan komposit dari bahan lignoselulosa pula berjaya menarik perhatian industri. Kebanyakan komposit konvensional melibatkan penggunaan bahan pengisi atau penguat seperti gentian kaca atau bahan tak-organik lain. Bahan lignoselulosik mempunyai beberapa keistimewaan antaranya, ketumpatan yang rendah, mudah diperolehi, sumber yang boleh diperbaharui dan akan mengurangkan kos-kos yang berkaitan proses pembuatannya. Bahan lignoselulosa merupakan komponen polimer tiga dimensi yang terdiri dari bahan utama seperti selulosa, hemiselulosa dan lignin. Tiga bahan ini merupakan penyumbang atau dapat mempengaruhi sifat fizikal dan kimia kayu. Selulosa dan rantai glukosa ini dihubungkan melalui rangkaian glikosidik dan terdapat kumpulan OH bebas yang mampu menyerap kelembapan atmosfera.

Pengisi nano, terutama montmorillonite (MMT) adalah pengisi yang bersaiz nano. Ia amat signifikan kepada peningkatan sifat mekanikal dan sifat-sifat fizikal yang lain. Ini adalah kerana fizikalnya yang amat halus. Namun penketumpukan kadang-kadang menjadi faktor perencat kepada peningkatan sifat mekanikal, dan untuk mengatasi

masalah ini, proses pengubahsuaian seperti penukargantian kation boleh menyelesaikannya. Hasilnya, nisbah aspek akan semakin tinggi.

Komposit dari matriks poliester tak tepu (UP) amat luas digunakan dalam industri komposit. Ini kerana terdapat beberapa faktor iaitu kos yang rendah, mudah dikendalikan, sifat mekanikal yang baik, kerintangan yang tinggi terhadap bahan kimia, serta sesuai untuk berbagai tujuan. Pematangan UP melibatkan pengkopolimeran antara monomer stirena dan molekul UP dengan kehadiran pemula organik. Proses campuran dengan pengisi, bahan penguat serta bahan tambahan yang lain, boleh disediakan melalui proses adunan pengacuanan helaian (SMC), adunan pengacuanan pukal (BMC) dan sebagainya.

Dalam kajian ini, komposit terdiri dari resin UP, pengisi teras kenaf dan pengisi MMT. Penggunaan bahan lignoselulosa yang terdiri dari teras kenaf dalam komposit ini akan memberikan lebih pilihan kepada industri dalam memilih bahan mentah yang sesuai berdasarkan faktor-faktor yang menarik, antaranya; ketumpatan yang rendah, sumber yang boleh diperbaharui, tumbuhan yang mesra alam, kurang memberi kesan kepada mesin pemprosesan. Sementara MMT pula, kelebihan yang paling ketara ialah dapat meningkatkan sifat-sifat komposit, terutama sekali sifat mekanikal, walaupun dengan hanya penambahan yang minimum. UP pula adalah antara resin termoset yang paling banyak digunakan kerana kos yang rendah, mampu menunjukkan kekuatan tensil dan lenturan yang baik, kerintangan terhadap kebanyakan pelarut organik dan asid organik/takorganik yang baik, suhu pemerosotan terma yang tinggi.

## 2.0 TINJAUAN LITERATUR

Komposit adalah bahan yang terdiri dari gabungan dua atau lebih komponen bahan yang akhirnya akan menghasilkan satu sistem berbagai fasa yang mempunyai sifat yang berlainan dengan komponen asal. Komposit polimer pada masa kini sering mendapat perhatian kerana kos yang ekonomik dan sifat yang bersesuaian dengan kegunaannya. Komposit polimer termoset yang diperkuat gentian selalu menjadi pilihan kerana dengan kehadiran gentian, komposit mempunyai modulus yang tinggi serta kerintangan rayap (krip) yang baik. Ini adalah kerana ia mempunyai struktur paut-silang yang boleh mempengaruhi nilai ketegaran bahan. Namun, sekiranya tahap paut-silang terlalu tinggi, produk yang terhasil bersifat lebih rapuh dan mudah rosak (Ismail *et al.*, 1999).

Secara amnya, kebanyakan komposit polimer terdiri dari matriks dan bahan pengisi. Kebanyakan matriks terdiri dari polimer organik. Selain itu terdapat juga matriks logam dan matriks seramik yang kurang mendapat perhatian mengenainya. Matriks organik dinamakan berdasar kepada struktur molekul utamanya, contohnya poliester. Matriks boleh dibahagikan kepada 2 iaitu jenis termoset dan termoplastik (Visconti, 1992).

Bagi menghasilkan komposit yang baik, 3 kriteria yang menjadi pertimbangan iaitu dari segi teknikal, ekonomik dan kemampuan menembusi pasaran. Dari segi teknikal, sifat-sifat yang ditonjolkan perlu mendapat perhatian yang komprehensif. Ini termasuk sifat mekanikal statik, iaitu kekuatan, ketegaran, keliatan, kekuatan spesifik, ketegaran spesifik, keliatan spesifik, cara pemerosotan, kadar pemanjangan untuk patah, kekerasan

permukaan, kerintangan untuk rosak dan kemasiapan bahan. Sifat mekanikal dinamik pula, adalah seperti kebolehan untuk bertahan ketika dikenakan beban yang berulang (sifat kelesuan) dan sebagainya. Dari sudut kimia, perhatian yang diberikan adalah terhadap kerintangannya kepada perubahan suhu, rintangan terhadap api, rintangan terhadap pelarut, pemerosotan terma dan kesan kepada ekologi.

Sementara kriteria dari segi ekonomi yang dipertimbangkan ialah dari sudut bahan mentah, jenis proses, kemahiran operator, keperluan kemasiapan, kos yang seimbang dengan nilai di pasaran dan kesan kepada ekologi. Kriteria yang terakhir adalah sifat pemasaran iaitu imej inovatif yang boleh memberi keuntungan, keperluan perancangan industri, cabaran dalam penghasilan serta keperluan kualiti dan kuantiti (Visconti, 1992).

Untuk menghasilkan komposit yang baik, matriks polimer perlu mempunyai interaksi yang baik dengan pengisi. Masalah yang sering dihadapi dalam menghasilkan komposit yang baik adalah kelemahan interaksi jika melibatkan penggunaan pengisi lignoselulosik. Ini adalah kerana matriks polimer bersifat hidrofobik sementara bahan lignoselulosa pula bersifat hidrofilik (Dash *et al.*, 2000).

Matriks terbahagi kepada dua jenis iaitu termoplastik dan termoset. Komposit termoset terhasil apabila matriks polimer yang digunakan mengalami transformasi yang tidak boleh berpatah balik resin dari berat molekul rendah kepada jalinan polimer yang berpaut-silang. Proses ini bergantung kepada suhu yang digunakan, jenis resin dan kepekatan pemula atau agen pematang (Azaar *et al.*, 1992). Komposit termoset diubah kepada

rangkaian 3-dimensi melalui proses pematangan dengan bantuan suhu dan pemangkin/pemula.

Kajian yang melibatkan komposit termoset selalunya perlu mengambil kira aktiviti yang berlaku ketika proses pematangan berjalan. Pematangan termoset boleh dibahagi kepada dua peringkat; peringkat pertama ialah tempoh semasa resin dalam acuan dipanaskan, ketika ini proses pematangan bermula. Disebabkan terma konduktiviti yang rendah dalam resin atau komposit tersebut, perbezaan suhu pada bahagian dalam komposit adalah nyata, yang mana pada permukaannya, suhu adalah lebih tinggi. Peringkat kedua pula ialah tempoh semasa pematangan. Tindakbalas pada mulanya berlaku pada permukaan resin, ketika ini suhu mencapai suhu maksimum. Pematang yang berlaku adalah tindakbalas eksotermik, jadi disebabkan ada haba yang dijana oleh pematangan, maka suhu dalam resin akan meningkat, yang mana suhu adalah paling tinggi di kawasan tengah resin.

Oleh itu komposit termoset yang sudah termatang mudah mengeleding atau melengkung. Ini kerana semasa proses paut-silang berlaku, wujud fenomena eksoterma yang tinggi dari proses pematangan serta konduktiviti haba yang rendah dalam resin. Fenomena ini menyebabkan pematangan tidak berlaku dengan sekata dalam satu masa di semua bahagian dalam komposit. Jika masa dipendekkan untuk mempercepatkan pematangan dan suhu pula terpaksa dinaikkan, ia akan menyebabkan masalah suhu yang akan naik secara mendadak dalam resin. Kecerunan suhu yang tinggi ini akan menyebabkan penyahwarnaan dan kerosakan pada bahan yang terhasil (Plesu *et al.*, 1994).

Bagi sistem termoset, matriks yang selalu menjadi pilihan adalah seperti poliester tak tepu (UP), epoksi dan fenolik. Penggunaan UP adalah yang paling populer kerana ia mudah dikendalikan. Terdapat 85% plastik terkuat gentian (FRP) yang menggunakan UP. Pengisi ditambah untuk meningkatkan pengendalian, sifat pengacuan, sifat pematangan di samping dapat mengurangkan kos (Saroja Devi *et al.*, 1998).

## **2.1 Resin Poliester Tak Tepu**

### **2.1.1 Resin Poliester Tak Tepu Secara Umum**

Matriks polimer dalam pembuatan komposit terbahagi kepada 2 iaitu termoset dan termoplastik. Resin UP tergolong dalam matriks polimer termoset. Kebanyakan komposit UP melibatkan penggunaan bahan pengisi seperti silika, kalsium karbonat, gentian kaca dan juga gentian lignoselulosa. Proses untuk menghasilkan komposit UP terbahagi kepada dua iaitu proses pematangan pada suhu bilik dan proses pada suhu yang tinggi. Proses-proses ini melibatkan penggunaan pemangkin dan pencepat yang tertentu bergantung kepada tujuan dan suhu pematangan yang hendak digunakan. Proses adunan pengacuanan helaian (SMC) dan adunan pengacuanan pukal (BMC) adalah contoh pematangan UP dengan menggunakan suhu yang tinggi.

Pada amnya, adunan pengacuanan poliester ("*polyester molding compound*") melibatkan penggunaan resin poliester, stirena dan pengisi. Pengisi digunakan untuk mengawal kos serta menjadi penyumbang utama kepada sifat mekanikal. Penggunaan pengisi juga



memainkan peranan penting kerana ia memudahkan resin menjadi lebih terlikat. Pengisi akan mengubahsuai kelikatan matriks, dengan itu penyebaran yang berlaku dalam sistem matriks antara resin dan pengisi menjadi lebih baik (Robert, 1982).

Secara umum resin poliester boleh dibahagi kepada 2 jenis iaitu jenis tepu; contohnya polietilena tereftalat , sejenis termoplastik untuk pengacuanan suntikan (“*injection moulding*”) dan UP iaitu termoset yang boleh mengalami paut-silang semasa pematangan dengan kehadiran pelarut aktif dan pemangkin (Weatherhead, 1980).

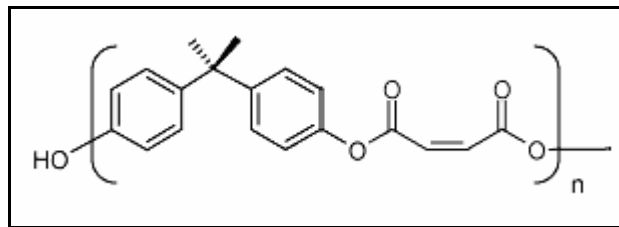
Secara asasnya, komposisi UP terdiri dari asid tepu, asid tak tepu dan juga glikol. Asid tak tepu berfungsi sebagai tapak untuk paut-silang. Asid tepu pula berfungsi sebagai penentu kepada darjah atau kepekatan asid tak tepu, manakala glikol berfungsi untuk menjalani esterifikasi dan juga sebagai jambatan untuk menghubungkan asid-asid menjadi satu rantaian polimer.

Kereaktifan, kelikatan dan juga sifat produk terakhir dari resin UP boleh ditentukan melalui pemilihan komposisi bahan kimia yang digunakan dalam penghasilan polimer UP, iaitu pemilihan bahan kimia untuk sumber alifatik, aromatik dan juga sumber untuk ikatan dubel  $C=C$ . Selain itu berat molekul rantai polimer yang hendak dihasilkan juga boleh mempengaruhi sifat-sifat tadi. Kepekatan dan jenis monomer yang digunakan juga boleh mempengaruhi sifat-sifat ini.

### 2.1.2 Penghasilan Poliester Tak Tepu

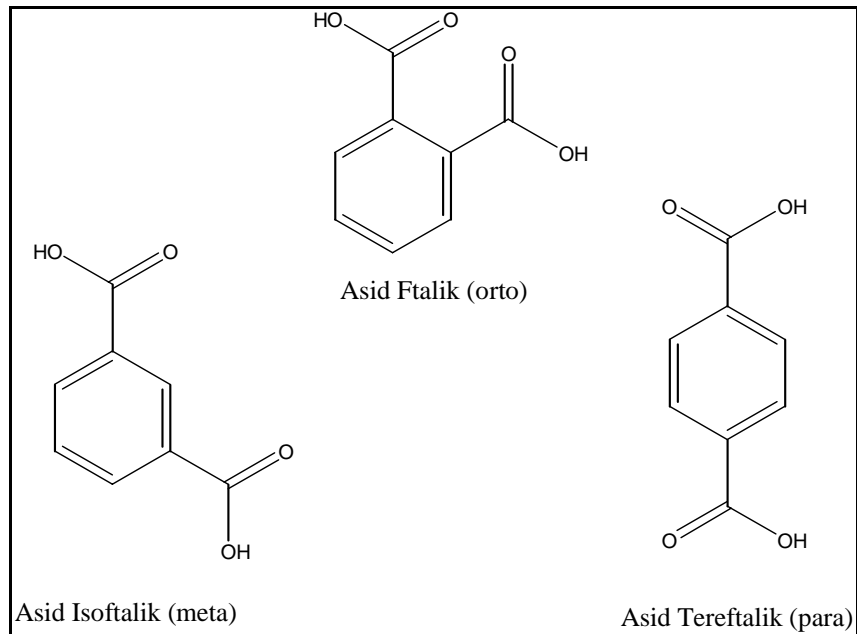
UP dihasilkan melalui sintesis dua asid dibasik (seperti asid ftalik dan asid maleik) dengan kumpulan diol (seperti etilena glikol atau propilena glikol). Ia boleh dikelaskan kepada resin orto, iso dan vinil ester. Kadar kandungan bahan-bahan kimia utama ini boleh mempengaruhi sifat resin yang terhasil. Cara penghasilan UP adalah melalui dua peringkat. Pertama dengan penghasilan monoester (tindakbalas antara maleik anhidrida dengan diol) dan peringkat kedua ialah polikondensasi.

Asid tak tepu dalam UP berfungsi untuk menyediakan tapak berlakunya proses paut-silang. Selalunya bahan yang digunakan untuk fungsi ini ialah maleik anhidrida (MAH) (Abdel-Azim *et al.*, 1995). MAH adalah yang paling ekonomik (Jadhav dan Kantor, 1988). MAH menyediakan kumpulan vinil dalam poliester resin, sementara propilena glikol (PG) dan ftalik anhidrida (PAH) pula berfungsi sebagai penyambung rantai (Liu *et al.*, 1994). Glikol adalah penyumbang kepada sifat kekerasan dan keterlenturan resin. Selalunya PG yang diguna akan memberikan sifat fizikal dan kimia yang baik. Keterlenturan ini boleh diubahsuai dengan melakukan kondensasi dengan glikol yang lain, contohnya dengan menggunakan dietilena glikol ataupun glikol yang berantai panjang (Abdel-Azim *et al.*, 1995). Contoh rantai UP boleh dilihat dalam Rajah 1.



Rajah 1: Contoh Rantai Poliester Tak Tepu

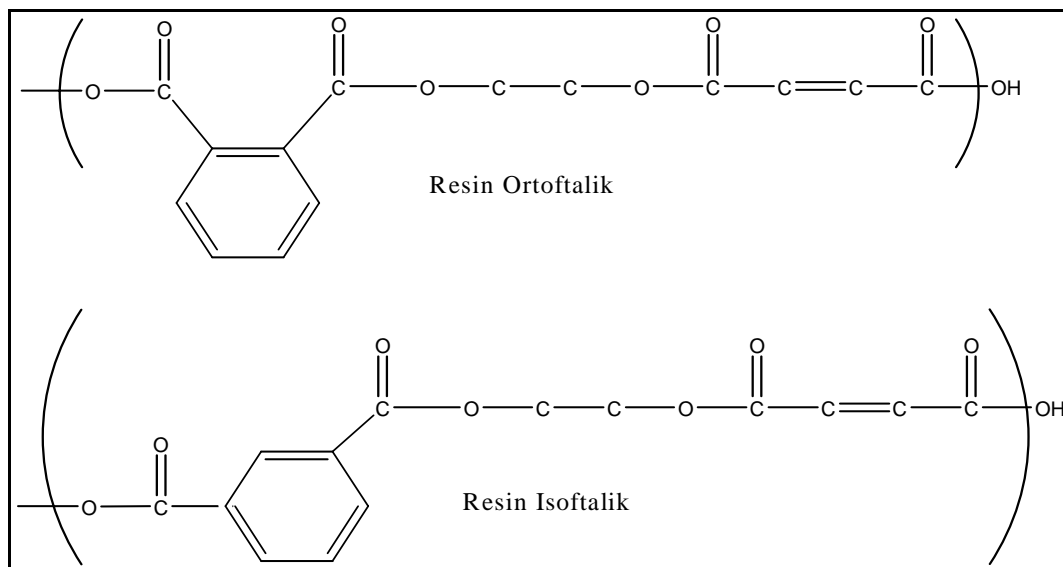
UP yang telah dihasilkan, akan dikategorikan kepada beberapa bahagian, antaranya resin ortoftalik, isoftalik dan sebagainya. Tatanama seperti ini adalah berdasarkan kedudukan kumpulan-kumpulan karboksilik pada asid ftalik. Asid ftalik ( $C_6H_4(COOH)_2$ ) mempunyai 3 isomer iaitu orto (asid ftalik), meta (asid isoftalik) dan para (asid tereftalik), seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 2.



Rajah 2: Struktuk Kimia Isomer Asid Ftalik

Bagi poliester pelbagai guna atau juga dikenali sebagai resin (orto)ftalik, ia terdiri dari asid ftalik, asid maleik dan juga propilena glikol. Maleik anhidrida (MAH) menyediakan kumpulan vinil pada resin poliester. Ftalik anhidrida (PAH) dan propilena glikol (PG) pula sebagai penambah kepada rantai. Struktur aromatik pada PAH menjadikan rantai poliester lebih kaku dan serasi dengan monomer stirena (Jadhav dan Kantor, 1988).

Sementara dalam kajian ini, resin yang digunakan adalah dari jenis isoftalik yang bersifat tiksotropik. Resin UP isoftalik adalah resin yang terhasil dari penggunaan salah satu asid dibasik dari jenis asid isoftalik. Ia mempunyai sifat yang lebih baik dari resin UP orto kerana struktur molekulnya adalah lebih tumpat. Contoh perbezaan struktur molekul ringkas antara resin ortoftalik dan isoftalik boleh dilihat pada Rajah 3. Resin jenis ini mempunyai sifat terma, sifat mekanikal, kebolehlenturan yang baik dan juga mempunyai kerintangan terhadap air yang lebih rendah jika dibanding dengan resin ortoftalik. Resin ini juga mempunyai kerintangan terhadap asid, bes lemah, hidrokarbon seperti minyak dan gasolin, serta air yang baik. Sementara tiksotropik adalah satu sifat yang dipunyai oleh satu resin; yang akan mengalami kelikatan yang rendah ketika pengacauan dikenakan. Ia akan kembali kepada kelikatan yang asal jika tidak dikacau.



Rajah 3: Struktur Molekul Ringkas Resin Ortoftalik dan Isoftalik

Sifat mekanikal UP amat bergantung kepada jenis dan kuantiti bahan-bahan kimia yang digunakan serta suhu pematangan yang dipilih. Namun kesan faktor di atas terhadap sifat tensil dan sifat lenturan agak kecil berbanding dengan faktor-faktor berikut:

- Dengan berat molekul yang tinggi, resin isoftalik akan memberikan sifat tensil dan lenturan yang lebih baik berbanding dengan resin ortoftalik.
- Resin tereftalik yang mempunyai berat molekul yang sama dengan resin isoftalik tidak menunjukkan sebarang perbezaan pada sifat tensil.

### **2.1.3 Pelarut Aktif / Monomer**

Monomer yang hadir boleh bertindak sebagai pelarut aktif, atau agen paut-silang. Ia lebih dikenali sebagai pelarut yang aktif kerana ia akan mengawal kelikatan resin disamping berfungsi sebagai jambatan untuk paut-silang berlaku yang akan menghasilkan struktur termoset. Monomer yang sering digunakan ialah stirena kerana kos yang murah dan merupakan pelarut yang baik bagi kumpulan ester, mudah bertindakbalas dengan komponen tak tepu dalam rantai poliester (Gunduz dan Deniz, 1992). Sifat kekakuan dan kebolehlenturan resin ini juga bergantung kepada jenis monomer yang digunakan (Abdel-Azim *et al.*, 1995). Penggunaan stirena begitu popular kerana sifat yang diberikan adalah berpatutan dengan harganya (Jadhav dan Kantor, 1988).

Stirena adalah monomer yang paling popular berdasarkan sifatnya yang boleh terlarut dalam poliester, darjah homopolimer yang rendah, harganya murah serta mudah diperolehi. Ia juga boleh berfungsi untuk mengurangkan kepekatan poliester. Ia memberikan sifat yang baik dalam:

- i) pengisian gentian kaca yang baik
- ii) pembebasan gas yang lebih cepat
- iii) darjah pematangan yang baik kerana puncak eksoterma yang tinggi
- iv) kerintangan terhadap kekerasan dan goresan yang baik
- v) kerintangan kimia dan penyerapan air yang baik jika kesemua stirena yang ada terlibat dalam proses paut-silang (Robert, 1982).

Kebanyakan resin UP mengandungi 30-50% stirena (berdasarkan berat), iaitu bersamaan dengan 2 mol stirena bagi setiap 1 mol ikatan dubel pada poliester. Proses pematangan yang berlaku adalah melibatkan pengkopolimeran antara stirena dengan rantai UP yang memerlukan kehadiran pemula organik (Kenny dan Opalicki, 1996).

Bagaimanapun, keburukannya adalah kerana sifatnya yang mudah meruap, jika tidak diberi perhatian yang sewajarnya, ia mungkin akan menghasilkan letupan, bau yang kurang enak dan boleh mengganggu kesihatan ketika penggunaannya. Jika pematangan menggunakan terma atau pematangan cahaya, ia akan menghasilkan sisa stirena yang akan terperangkap dalam jaringan struktur komposit. Pada suhu yang tinggi, sisa stirena ini akan menyebabkan produk menjadi lepuh dan kemunculan kelopak pada permukaan (Shi dan Ranby, 1994).

#### 2.1.4 Pematangan Poliester Tak Tepu

Proses pematangan UP melibatkan paut-silang yang berlaku pada tapak karbon yang tak tepu. Tapak-tapak tindakbalas terdapat pada rantai UP atau dari monomer. Paut-silang yang berlaku adalah melalui pengkopolimeran radikal bebas pada tapak-tapak tak tepu tadi. Tindakbalas pematangan berlaku apabila paut-silang terjadi antara radikal bebas pada kumpulan tak tepu  $C=C$  pada rantai-rantai UP dan radikal monomer yang menghasilkan jambatan antara rantai-rantai UP. Radikal bebas yang wujud ini terjadi setelah peroksida (pemula radikal bebas) terurai menjadi radikal bebas seterusnya menyebabkan  $C=C$  pada rantai UP dan juga stirena menjadi radikal bebas.

Pembentukan radikal bebas memerlukan satu bahan sebagai pemula atau juga dikenali sebagai pemangkin. Peroksida organik adalah pemula yang digunakan untuk menghasilkan radikal bebas pada tapak-tapak paut-silang. Sebelum radikal bebas terbentuk, pemangkin ini sendiri yang mesti menjadi radikal bebas terlebih dahulu. Untuk itu, satu bahan pencepat diperlukan. Bagi proses pematangan dengan suhu tinggi, suhu tinggi itu sendiri bertindak sebagai pencepat untuk menjadikan pemangkin radikal bebas.

Sebaik saja radikal bebas terhasil, paut-silang akan berlaku. Suhu eksotermik ini akan meningkat dengan cepat melebihi  $150^{\circ}\text{C}$ . Ketika ini kadar penghasilan radikal bebas akan meningkat. Jika keadaan ini tidak dikawal, sedangkan masih ada lagi mangkin yang belum terurai di dalam matriks, ia boleh merosakkan resin. Sebab itu perlu dikenal pasti mangkin yang sesuai digunakan dengan mengetahui kadar penguraiannya, separuh hayat,

suhu kritikalnya dan kandungan oksigen aktif di dalam mangkin tersebut. Separuh hayat bermaksud masa untuk mangkin itu mengurai menjadi separuh. Ia boleh menunjukkan kadar penguraian mangkin. Suhu kritikal bermaksud suhu minimum untuk mangkin mengurai menjadi radikal bebas. Umumnya peroksida yang mempunyai suhu kritikal antara 60-130°C saja yang digunakan dalam paut-silang poliester. Kandungan oksigen aktif adalah peratus oksigen aktif (-O-O-) dalam peroksida yang berketulenan 100%. Ia memberi penunjuk kepada bilangan radikal bebas yang boleh didapati apabila penguraian secara normal berlaku (Weatherhead, 1980).

Proses paut-silang yang berlaku adalah satu proses eksotermik. Haba yang dijana adalah berkadar langsung dengan ketumpatan tapak unsur tak tepu dan juga jumlah monomer stirena yang digunakan. Haba yang terjana dari proses ini juga boleh mempercepatkan proses paut-silang ini. Dalam proses pengacuanan, suhu yang digunakan perlu diberi perhatian yang tinggi kerana disamping suhu yang digunakan, haba dari proses paut-silang juga akan berperanan dalam proses ini. Jika kadar dan tempoh masa proses pematangan berlaku dengan terlalu cepat, ia akan menghasilkan bod yang mempunyai kemasiapan yang kurang baik, seperti mengeleding dan mudah retak. Kesan ini amat ketara jika ketebalan bod adalah tinggi.



Terdapat 3 kemungkinan tindakbalas kimia dalam pematangan antara UP dan stirena, iaitu, antara stirena-stirena, stirena dengan C=C pada rantai poliester dan C=C antara rantai-rantai poliester. Tindakbalas ini terbahagi kepada 4 jenis iaitu:

- i. sambung silang intermolekul dengan/tanpa melibatkan stirena, (membentuk rangkaian makroskopik melalui rangkaian molekul poliester yang berdekatan)
- ii. sambung silang intramolekul dengan/tanpa melibatkan monomer stirena, (meningkatkan ketumpatan sambung silang dan mengurangkan saiz gelung poliester, tapi tidak melibatkan diri dalam pembentukan rangkaian makroskopik)
- iii. tindakbalas stirena menjadikan molekul poliester bercabang (menggunakan unit paut-silang dan mungkin tingkatan sedikit saiz gelung poliester tetapi ini tidak terlibat dalam pembentukan rangkaian polimer)
- iv. tindakbalas homopolimer stirena bebas yang menghasilkan segmen terlarut yang tidak terlibat dalam pembentukan rangkaian polimer.

Walaupun semua yang di atas melibatkan kinetik pematangan, hanya 1 dan 2 saja yang melibatkan pembentukan rangkaian (Liu *et al.*, 1994). Pemilihan pemangkin adalah berdasarkan suhu pematangan yang hendak digunakan. Ia akan menentukan kinetik tindakbalas dan juga menjadi satu parameter untuk mengawasi tempoh masa resin yang telah dimasukkan mangkin sebelum mengalami tindakbalas (“*pot life*”). Kemasiapan bod yang terhasil bergantung kepada pemangkin yang digunakan.

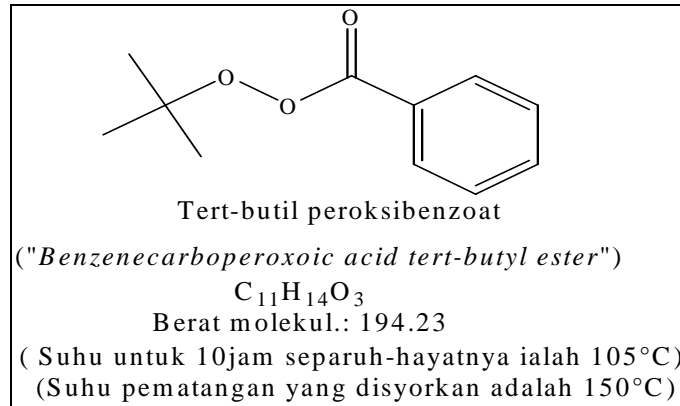
#### 2.1.4.1 Pemangkin

Pemangkin yang selalu digunakan ialah jenis peroksida yang mengandungi satu atau lebih ikatan O-O. Secara amnya, ia mempunyai struktur ROOR<sup>1</sup> atau ROOH yang mana R dan R<sup>1</sup> adalah kumpulan organik atau takorganik. Dengan kehadiran pengaruh haba, cahaya atau bahan kimia lain, ikatan O-O yang lemah ini akan menghasilkan radikal bebas. Radikal bebas yang terhasil ini sangat reaktif yang mempunyai elektron bebas (yang tak terikat atau tak terpasang) dan mempunyai separa hayat yang rendah iaitu sekitar  $10^{-3}$  saat atau kurang. Peroksida juga boleh melalui pemindahan elektron (tindakbalas redoks) untuk menghasilkan radikal. Antara kegunaan peroksida adalah dalam pematangan UP. Sekitar 30% UP yang termatang dengan peroksida adalah dengan menggunakan suhu tinggi (Ismail *et al.*, 2001).

Dalam UP, mangkin adalah bahan yang merangsangkan tindakbalas dengan ia sendiri yang akan bertukar bentuk terlebih dahulu dengan bantuan satu bahan atau sumber yang lain yang disebut pengaktif atau juga dikenali dengan nama pencepat. Oleh sebab itu, mangkin lebih dikenali sebagai pemula. Ia akan berfungsi dengan menukar suatu bahan yang tidak aktif menjadi aktif semasa proses pematangan. Pencepat atau pengaktif yang digunakan bergantung kepada jenis mangkin. Dalam kajian ini digunakan mangkin jenis tert-butyl perbenzoat (TBP) (Rajah 4) yang memerlukan suhu yang tinggi untuk mengurai kepada radikal bebas dan suhu yang tinggi itu sendiri yang bertindak sebagai pencepat. Organik peroksida selalunya kurang stabil, sebab itu kebanyakannya hadir dalam bentuk larutan yang dilarutkan dalam pemplastik ataupun dalam bentuk serbuk yang

dicampurkan dengan pengisi lengai. Kebanyakan peroksida organik digunakan dengan kuantiti 1-4% dari berat resin (Weatherhead, 1980).

Contoh peroksida yang digunakan adalah :



Rajah 4: Struktur Kimia Tert-Butil Perbenzoat

Disebabkan suhu adalah pengaktif bagi peroksida ini, maka perlu diketahui suhu separuh-hayat peroksida yang hendak digunakan, kerana jika suhu yang digunakan terlalu tinggi berbanding dengan suhu separuh-hayatnya, maka kadar penghasilan radikal bebas akan menurun (Robert, 1982). Peroksida sebagai mangkin dipilih berdasarkan beberapa kriteria yang perlu dilihat selain dari jangka hayat, separuh-hayat serta suhu yang hendak digunakan. Kriteria-kriteria tersebut ialah had tekanan yang digunakan, ketebalan dan saiz bahan yang hendak dihasilkan, sifat semula jadi resin yang digunakan, jenis perencat, kehadiran pengisi, pigmen atau pewarna dan agen pengliktat yang ada dalam matriks dan akhir sekali suhu yang diperlukan untuk proses pematangan yang dijalankan (Bruins, 1976).

### **2.1.5 Agen Pelincir Acuan**

Fungsi agen pelincir adalah bagi memudahkan proses menceraikan resin yang termatang dari pengacuanan yang digunakan. Ia akan menyebabkan bahan yang terhasil mempunyai kemasiapan yang cantik.

Terdapat dua jenis agen pelincir yang digunakan iaitu agen pelincir luaran dan agen pelincir dalaman. Agen pelincir luaran selalunya memerlukan proses lanjutan selepas resin termatang, kerana ia masih terlekat pada permukaan bahan yang terhasil. Jika tidak, ia sendiri yang akan mencacatkan permukaan. Proses seperti ini kurang ekonomik. Agen pelincir dalaman digunakan dengan mencampur terus ke dalam sistem matriks. Ia akan menyerap terus ke permukaan bahan. Di samping itu, ia juga boleh berfungsi dalam menghasilkan penyebaran resin yang baik, maka penggelatan yang berlaku dalam resin adalah sekata.

Agen pelincir dalaman akan melebur dan berpindah ke permukaan resin, menghalang daya lekitan antara permukaan logam dan resin termatang. Sebab itu jenis agen pelincir yang dipilih berdasarkan kepada takat leburnya yang mesti rendah dari suhu yang digunakan untuk proses pematangan. Sebagai contoh, asid stearik yang mempunyai takat lebur sekitar 70°C, digunakan untuk suhu pematangan di bawah 135°C. Dalam kajian ini, zink stearat digunakan. Zink stearat mempunyai takat lebur 122°C dan sesuai digunakan untuk pematangan antara suhu 135°C-155°C (Robert, 1982).

Kajian ini melibatkan proses BMC yang menggunakan pengacuanan logam dan penggunaan agen pelincir acuan diperlukan kerana resin poliester adalah berpolar, jadi ia mudah untuk melekat pada permukaan logam. Ini adalah kerana wujudnya daya tarikan antara resin dan permukaan logam yang juga berpolar. Logam bersifat polar, namun ion yang terdapat dalamnya tidaklah seaktif atau bergerak aktif seperti yang terdapat dalam bahan berpolar yang lain. Kadar campurannya ke dalam matriks perlu diberi perhatian. Jika terlalu banyak, ia akan mengganggu sistem mangkin dan seterusnya akan mempengaruhi proses pematangan yang sedang berlaku (Bruins, 1976).

#### **2.1.6 Perencat**

Bagi memastikan tiada proses pra-pematangan berlaku dalam resin UP dan mengawal tempoh masa resin yang telah dimasukkan mangkin sebelum mengalami tindakbalas ("*pot life*"), maka satu bahan sebagai perencat diperlukan. Contoh perencat yang selalu digunakan ialah hidrokuinon. Resin poliester mempunyai satu kelemahan iaitu jangka hayatnya ("*shelf-life*") yang sukar diramal. Ia perlu kepada satu sistem perencat bertujuan untuk menghalang dari berlaku pempolimeran pra-matang atau berlakunya kehilangan stirena. Perencat ("*inhibitor*") adalah bahan yang akan menghalang pempolimeran berlaku dalam jangka masa tertentu. Ia juga dapat mempengaruhi darjah pempolimeran dan masa untuk mencapai puncak eksoterma. Pembantut ("*retarder*") pula ialah bahan yang mengurangkan suhu puncak eksoterma tanpa mengurangkan masanya.

Pendedahan terhadap haba atau cahaya boleh menyebabkan paut-silang yang tak terkawal dan ia akan meningkatkan kelikatan. Ini akan menghasilkan plastik separa-pejal atau berkeadaan gel yang tidak boleh diguna. Pempolimeran termoset ini adalah berdasarkan radikal bebas. Radikal bebas yang aktif dihasilkan melalui pendedahan terhadap oksigen. Penambahan oksigen ini akan menyebabkan ikatan dubel pada stirena menghasilkan hidroperoksida yang akan merangsangkan proses pempolimeran. Hidroperoksida ini akan berubah menjadi peroksida dan jika dalam resin dengan pelarut stirena, ia akan berubah kepada benzaldehid. Sebab itu resin polimer yang terdedah kepada udara akan menghasilkan bau seperti benzaldehid (Jadhav dan Kantor, 1988). Radikal bebas yang terhasil dari proses-proses seperti ini boleh di“mati”kan oleh perencat seperti kuinon.

Selalunya selepas UP yang terhasil dilarutkan dalam stirena, ia cenderung untuk mengalami pempolimeran walaupun tanpa kewujudan mangkin. Jadi untuk memanjangkan jangka hayat semasa menyimpan resin, selalunya perencat dimasukkan. Ia dimasukkan selepas polikondensasi tamat dan sebelum dilarutkan dalam monomer.

Perencat berfungsi dengan menyerap radikal bebas yang terhasil dengan menderma atom hidrogen dan akan menghalang berlakunya pempolimeran. Dengan itu jangka hayat resin ini dapat dipanjangkan kepada satu tempoh yang dikehendaki. Peroksida yang ditambah dalam proses pematangan, selain dari menjadi mangkin atau pemula, ia juga berfungsi untuk meneutralkan fungsi perencat ini, supaya pematangan dapat diteruskan.

## 2.2 Kenaf

Kenaf adalah satu tumbuhan dari spesies *Hibiscus cannabinus L.* Ia boleh mencapai pembesaran 3-4 meter tinggi dan berdiameter 3-4cm dalam masa 4-5 bulan. Secara relatifnya, kenaf boleh menghasilkan 6-10 ton gentian kering bagi 1 ekar dalam masa setahun. Jumlah ini adalah 3-5 kali lebih banyak dari gentian dari pokok Southern Pine yang mana ia hanya mampu dituai selepas 7-40 tahun. Faktor inilah yang menjadikan kenaf sebagai pilihan sumber bekalan gentian kepada industri yang melibatkan bahan lignoselulosik (Daud, 2005). Batang pokok kenaf terdiri dari dua bahagian iaitu bast; yang terletak dibahagian luar dan bahagian teras; yang terletak dibahagian dalam. Nisbah bast dengan teras adalah 40:60 berdasarkan berat atau 15:85 berdasarkan isipadu.

Kajian ini melibatkan penggunaan bahagian teras. Antara faktor yang menjadikan bahagian teras menjadi pilihan adalah kerana struktur teras yang agak berongga dan menjadikan ketumpatan pukalnya yang rendah sekitar  $100-200\text{kg/m}^3$ . Ia juga boleh dikisar/dimesin untuk menjadikannya dalam bentuk partikel yang ringan. Kandungan kimianya juga hampir menyamai kandungan kimia kayu, dan kandungan hemiselulosanya adalah tinggi jika dibandingkan dengan spesies kayu lembut yang lain (Okudaira, 2005).

### **2.2.1 Kelebihan Kenaf**

Kenaf sebagai bahan lignoselulosik, telah banyak digunakan sebagai bahan mentah dalam industri sejak dahulu lagi. Ia menjadi tumpuan kerana tidak akan memberi kesan kepada ekosistem dan boleh ditanam di mana sahaja. Kenaf disebut sebagai tanaman mesra alam. Peranan tanaman kenaf terhadap ekosistem yang paling menarik perhatian ialah kemampuannya menyerap gas CO<sub>2</sub> yang begitu tinggi (Okudaira, 2005). Dengan itu, kitaran CO<sub>2</sub> akan menjadi lebih cekap. Ia dapat membantu dalam pemuliharaan alam sekitar terutama sekali pada zaman sekarang yang mana tahap kualiti alam sekitar yang agak membimbangkan.

Kehadiran kenaf menambahkan lagi pilihan kepada industri yang melibatkan bahan mentah konvensional lain; seperti kayu. Penggunaan tanaman kenaf langsung tidak akan memberi kesan yang buruk kepada alam sekitar. Dengan kuantiti penghasilan gentian yang setanding atau lebih baik dari sumber lignoselulosik lain, secara tak langsung, ia akan mengekalkan saiz hutan sedia ada. Tambahan lagi, keadaan sekarang ini, saiz hutan yang boleh membekalkan sumber lignoselulosik kepada industri semakin kecil. Selain masalah bahan mentah, kos operasi juga semakin meningkat, sebab itu industri perlu kepada bahan mentah yang melibatkan kos yang rendah dan boleh memberikan sifat-sifat yang tertentu. Pada masa kini, terdapat usaha untuk menambah nilai kepada gentian semulajadi pada ketika kekurangan bekalan bahan mentah berasaskan kayu. Oleh itu, komposit berasaskan lignoselulosik; seperti kenaf, adalah jalan penyelesaian kepada kekurangan sumber kayu. Kenaf mampu dituai dalam tempoh masa yang singkat



berbanding sumber kayu lain, sumber yang senang diperolehi dan melibatkan kos yang rendah. Oleh itu ia boleh menjadi jalan penyelesaian kepada masalah berkaitan ekosistem di masa hadapan.

Secara umumnya, antara kelebihan kenaf sebagai bahan mentah dalam industri komposit ialah (Rana, 2005):

- Sifat mekanikal yang baik.
- Bekalan yang banyak dan senang diperolehi.
- Ia sebagai satu sumber yang boleh diperbaharui.
- Kesan kerosakan yang minimum terhadap peralatan/mesin semasa pemprosesan.
- Sebagai alternatif kepada kayu.
- Kos yang agak rendah berbanding dengan sesetengah gentian.
- Ia adalah bahan lignoselulosik yang paling sesuai untuk menggantikan bahan berasaskan sumber sintetik.

Walaupun dengan kelebihan yang dimiliki kenaf, masih ada lagi ruang untuk penyelidikan bagi penambahbaikan, seperti pengubahsuaian kimia, terutama sekali sifat higroskopiknya, keserasian yang agak rendah terhadap kebanyakan matriks polimer, kebolehasahan yang lemah (terutama sekali melibatkan resin yang terlalu pekat) dan penguraian kimia pada suhu yang tinggi (200°C).

### **2.2.2 Kenaf di Malaysia**

Terdapat beberapa faktor tentang keadaan iklim dan cuaca di Malaysia yang sesuai untuk tanaman kenaf. Ia berada dalam iklim khatulistiwa, suhu yang stabil; iaitu perubahan suhu tidak ketara, tempoh siangnya yang sesuai (12jam); ini kerana, jika tempoh siang terlalu panjang, proses pembungaan akan berlaku dengan cepat, dan pertumbuhan batang kenaf tidak akan menjadi optimum. Malaysia juga mempunyai jumlah hujan yang cukup, walaupun taburannya hujannya tidak sekata pada setiap kawasan (Daud, 2005).

Selain dari itu, penanaman kenaf tidak memerlukan penjagaan yang terlalu rapi. Ini akan memudahkan para petani dan tidak memerlukan kursus ataupun pengetahuan yang terlalu tinggi sebelum terlibat dengan penanaman kenaf. Selain itu, kenaf mempunyai batang yang lebih keras berbanding dengan sesetengah tanaman yang lain; contohnya jut. Dari segi kawasan tanaman pula, selalunya dalam kawasan tanaman kenaf, didapati amat kurang sekali tanaman liar yang boleh tumbuh di celah-celah pokok kenaf, jadi penjagaan kawasan tanaman amatlah mudah. Tumbuhan liar hanya tumbuh pada awal peringkat penanaman kenaf. Namun selepas kenaf membesar, fizikal tumbuhan kenaf ini akan menghalang dari tumbuhan liar lain tumbuh atau membesar, dan penggunaan racun untuk tumbuhan liar dapat dikurangkan atau tidak diperlukan langsung. (Ahmad, 2005).